

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005 年 9 月 9 日 (09.09.2005)

PCT

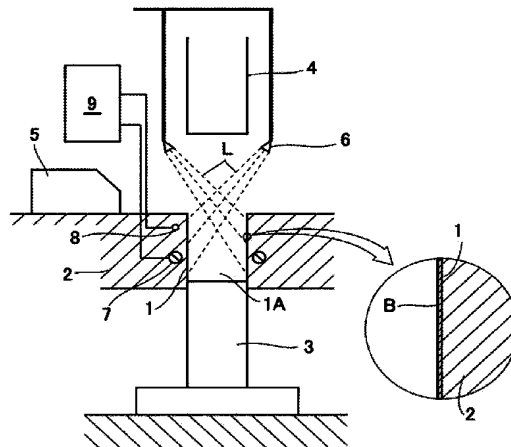
(10) 国際公開番号
WO 2005/082562 A1

- (51) 国際特許分類⁷: B22F 3/035, 3/02, B30B 11/00 (72) 発明者; および
(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/002994 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 中井 崇 (NAKAI, Takashi) [JP/JP]; 〒9508640 新潟県新潟市小金町 3 丁目 1 番 1 号 三菱マテリアル株式会社 新潟製作所内 Niigata (JP). 川瀬 欣也 (KAWASE, Kinya) [JP/JP]; 〒9508640 新潟県新潟市小金町 3 丁目 1 番 1 号 三菱マテリアル株式会社 新潟製作所内 Niigata (JP).
(22) 国際出願日: 2005 年 2 月 24 日 (24.02.2005)
(25) 国際出願の言語: 日本語
(26) 国際公開の言語: 日本語
(30) 優先権データ: 特願 2004-055363 2004 年 2 月 27 日 (27.02.2004) JP (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三菱マテリアル株式会社 (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区大手町一丁目 5 番 1 号 Tokyo (JP).

[続葉有]

(54) Title: METHOD OF FORMING POWDER COMPACT AND MOLD ASSEMBLY FOR POWDER COMPACTION

(54) 発明の名称: 粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置



(57) Abstract: [PROBLEMS] To stably obtain a high-density powder compact by forming a dense coating film of a lubricant in a molding part. [MEANS FOR SOLVING PROBLEMS] A molding part (1A) formed in a molding die main body (2) is packed with a raw powder. Thereafter, lower and upper punches (3) and (4) are fitted to the molding part (1A) to form a powder compact. Before packing with the raw powder (M), an aqueous solution (L) obtained by dissolving a water-soluble lubricant having a solubility in 100 g water at 20°C of 3 g or higher in water so as to result in a homogenous phase is adhered to the molding part (1A). The aqueous solution (L) is evaporated to deposit crystals in the molding part (1A) and form a crystalline layer (B). Because of the layer (B), which is a dense layer for lubrication formed on the circumferential wall of the molding part (1A), not only the pressure required for discharging the powder compact (A) from the molding part (1A) can be reduced but the density of the powder compact (A) can be heightened. Furthermore, compacting operations can be successively conducted stably.

(57) 要約: 【課題】 成形部に緻密な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得るようにする。【解決手段】 成形型本体 2 に形成した成形部 1 A に原料粉末を充填した後に、下、上パンチ 3、4 を成形部 1 A に嵌合して粉末成形体を成形する。原料粉末 M を充填する前に、20°C における 100 g の水に対する溶解度が 3 g 以上の水溶性潤滑剤を水に均一な相となるように溶解した水溶液 L を成形部 1 A に付着させ、該水溶液 L を蒸発させて成形部 1 A に結晶を形

[続葉有]

WO 2005/082562 A1



SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護
が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA,
SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ,
BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE,
BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU,
IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR),

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

成させて晶出層Bを形成する。成形部1Aの周面に緻密な潤滑用の層Bが形成され、粉末成形体Aの成形部1Aからの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体Aの密度も向上することができ、さらに安定して連続成形することができる。

明 細 書

粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置

技術分野

- [0001] 本発明は、原料粉末を粉末成形金型に充填して成形する粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置に関するものである。

背景技術

- [0002] 焼結部品の製造に用いる圧粉体は、Fe系、Cu系等といった原料粉末を成形型内で加圧成形することにより形成され、この後焼結の工程を経て焼結体を作製する。そして、成形工程では、成形型を用いてプレスで加圧して成形体を成形する。このプレスのときには、成形体と成形型との間には摩擦が発生する。このため粉末混合時にステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸リチウム等の、水に不溶性の脂肪酸系潤滑剤を添加し、潤滑性を付与している。
- [0003] しかしながら、このような原料粉末に潤滑剤を混合する方法では成形体の密度を向上するには限界がある。そこで、高密度の成形体を得るために、原料粉末に添加する潤滑剤を減らし、形成型に、原料粉末に添加するものと同一の潤滑剤を塗付し、潤滑性の不足を補うことができる粉末成形体の成形方法が提案されている（例えば、特許文献1参照。）。
- [0004] この従来の成形方法は、加熱された金型の内面に、水に分散されている高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する塗布工程と、前記金型に金属粉末を充填し、前記高級脂肪酸系潤滑剤が該金属粉末と化学的に結合して金属石鹼の被膜を生成する圧力で該金属粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含む粉末成形体の成形方法であって、加熱され、内面にステアリン酸リチウムのような高級脂肪酸系潤滑剤が塗布された金型を用いて、この金型に加熱された金属粉末を充填して、この金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤とが化学的に結合して金属石鹼の被膜が生成される圧力でこの金属粉末を加圧成形すると、金属石鹼の被膜が金型の内面表面に生じ、その結果金属粉末の成形体と金型との間の摩擦力が減少し、成形体を拔出する圧力が少なくて済むことができるというものである。

- [0005] また、成形用の金型に、原料粉末に添加するものと同一の潤滑剤を使用するため、水に不溶性の潤滑剤を使用することとなり、金型に塗付する潤滑剤は固体粉末の状態で塗付することとなる。このため、潤滑剤の粉末を静電塗付したり、水に界面活性剤で分散させて乾燥塗付する方法も知られている。

特許文献1:特許第3309970号公報(段落0012, 0013)

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0006] 前記特許文献1等の従来技術においては、水に分散されている潤滑剤の固体粉末の状態、すなわち潤滑剤の固体粉末が水中に散在して混合した状態で成形型に塗布されているため、緻密な皮膜が形成されず、安定した成形体の生産が困難となるという問題がある。
- [0007] このような問題を解決するものとして同一出願人は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成するようにして、前記晶出層により成形部に緻密な潤滑層を形成することができる粉末成形体の成形方法を特願2002-338621号において提案している。そして、晶出層についてさらなる開発を行なって最適な水溶液を得たものである。
- [0008] そこで、本発明は、成形部に緻密な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得ることができる粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0009] 本発明の請求項1は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法である。

- [0010] また、請求項2〜12の本発明は前記潤滑剤をオキソ酸系金属塩又は有機酸系金属塩の群のうちから1種または2種以上を用いるもの、請求項13の本発明の前記水溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶解させたものであると共に、請求項14の本発明は前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であるものである。
- [0011] さらに、請求項15の本発明は前記潤滑剤に、防腐剤を添加したもの、また請求項16の本発明は前記潤滑剤に消泡剤を添加したもの、また請求項17の本発明は前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したものであると共に、請求項18の本発明は前記水溶性の溶媒が、アルコール又はケトンであるもの、また請求項19の本発明は前記潤滑剤にハロゲン族元素を含ませないものである。
- [0012] このような粉末成形体の成形方法においては、例えば、成形体の摩擦面に、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム等の水溶液のりん酸系金属塩を0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶け込んで均一な相になるように溶解させた後、成形部の表面に付着、蒸発させることにより、潤滑剤の結晶が成長して晶出層が形成されるものである。
- [0013] また、請求項20の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置である。
- [0014] また、請求項21の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の熔融温度よりも低く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置である。
- [0015] この請求項20又は請求項21の構成によれば、成形型本体の貫通孔と、該貫通孔に

嵌合する下パンチとで形成された成形部に原料粉末を充填する前に、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を加熱された前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部の周囲に前記潤滑剤の晶出層を緻密に形成する。この後、原料粉末を充填した後に前記貫通孔に上方から上パンチを嵌合して粉末成形体を成形するものである。

発明の効果

- [0016] 本発明の請求項1は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法であり、成形部にいっそう緻密な潤滑のための晶出層を形成できることにより、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができる。
- [0017] また、請求項2の本発明は、前記潤滑剤を、オキソ酸系金属塩とするものである。
- [0018] また、請求項3の本発明は、前記潤滑剤を、りん酸系金属塩、硫酸系金属塩、ほう酸系金属塩、けい酸系金属塩、タングステン酸系金属塩、有機酸系金属塩、硝酸系金属塩又は炭酸系金属塩とするもの、請求項4の本発明は、前記潤滑剤を、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、又はりん酸リボフラビンナトリウムとするもの、請求項5の本発明は、前記潤滑剤を、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号、食用黄色5号、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、又はアスコルビン酸硫酸エステルナトリウムとするものである。
- [0019] 請求項6の本発明は、前記潤滑剤を、四ほう酸カリウム、又は四ほう酸ナトリウムとするもの、請求項7の本発明は、前記潤滑剤を、けい酸カリウム、又はけい酸ナトリウムとするもの、請求項8の本発明は、前記潤滑剤を、タングステン酸カリウム、又はタングステン酸ナトリウムとするもの、請求項9の本発明は、前記潤滑剤を、酢酸カリウム、

酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、テレフタル酸2カリウム、テレフタル酸2ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、又はアスコルビン酸ナトリウムとするもの、請求項10の発明は、前記潤滑剤を、硝酸カリウム、又は硝酸ナトリウムとするもの、請求項11の本発明は、前記潤滑剤を、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、又は炭酸水素ナトリウムである。さらに、請求項12の本発明は、請求項2〜11記載の潤滑剤を1種又は2種以上用いたもの、さらに、請求項13の本発明においては、水溶性の前記潤滑剤を、0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶解させたものであると共に、請求項14の本発明は前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であるものであり、さらに請求項15の本発明は前記潤滑剤に、防腐剤を添加したもの、また請求項16の本発明は前記潤滑剤に、消泡剤を添加したもの、また、請求項17の本発明は前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したものであると共に、請求項18の本発明は前記水溶性の溶媒が、アルコール又はケトンであるもの、請求項19の本発明は前記潤滑剤に、ハロゲン元素を含ませないものであり、いずれも成形部に緻密な潤滑のための晶出層を確実に形成できる。

- [0020] また、請求項20、請求項21の本発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けると一タと、該ヒータを前記水溶液の蒸発濃度より高く、かつ必要に応じて前記潤滑剤の熔融温度よりも低く制御する温度制御手段を設け、かつ前記噴出部に20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を供給することを特徴とする粉末成形金型装置であり、成形部に潤滑剤の水溶液による晶出層をいっそう確実に形成して、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができ、さらに安定して連続成形することができる。

図面の簡単な説明

- [0021] [図1]本発明の実施例1を示す第1工程の断面図である。
[図2]本発明の実施例1を示す第2工程の断面図である。

[図3]本発明の実施例1を示す第3工程の断面図である。

[図4]本発明の実施例1を示す第4工程の断面図である。

[図5]石けんの溶解度のグラフである。

[図6]本発明の実施例2を示す第1工程の断面図である。

[図7]本発明の実施例2を示す第2工程の断面図である。

[図8]本発明の実施例2を示す第3工程の断面図である。

[図9]本発明の実施例2を示す第4工程の断面図である。

[図10]本発明の実施例3を示す第1工程の断面図である。

[図11]本発明の実施例3を示す第2工程の断面図である。

[図12]本発明の実施例4を示す第1工程の断面図である。

[図13]本発明の実施例4を示す第2工程の断面図である。

符号の説明

- [0022] 1 貫通孔
1A 成形部
2 成形型本体
3 下パンチ
4 上パンチ
6 噴出部
7 ヒータ
9 温度制御装置
A 粉末成形体
B 晶出層
L 水溶液
M 原料粉末

発明を実施するための最良の形態

- [0023] 本発明における好適な実施の形態について、添付図面を参照して説明する。尚、以下に説明する実施の形態は、特許請求の範囲に記載された本発明の内容を限定するものではない。また、以下に説明される構成の全てが、本発明の必須要件であると

は限らない。

実施例 1

[0024] 以下、本発明の実施例1を図1～図4を参照して説明する。図1は第1工程を示しており、同図において、1は後述する圧粉体たる粉末成形体Aの側面を成形する成形型本体たるダイ2に形成した貫通孔であり、該貫通孔2の下方より下パンチ3が嵌合され、一方貫通孔2の上方より上パンチ4が嵌合されるようになっている。さらに、ダイ2の上面に原料粉末Mを供給する原料供給体たるフィーダー5が摺動自在に設けられている。さらに、貫通孔2の上方に後述する潤滑剤の水溶液Lを噴霧して水溶液Lを成形部1Aに付着する付着手段たる噴霧部6が設けられており、該噴霧部6は貫通孔2に臨むように設けられると共に、水溶液Lのタンク(図示せず)に自動開閉弁(図示せず)を介して接続されている。また、貫通孔1と該貫通孔1に嵌合した下パンチ3とで画成される粉末成形体Aの成形部1Aの周囲にヒータ7と温度検出部8が設けられ、そして、これらヒータ7と温度検出部8は温度制御手段たる温度制御装置9に接続され、該温度制御装置9により貫通孔2の温度を水溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の熔融温度よりも低く制御するようになっている。

[0025] そして、第1工程においては、予め温度制御装置9により制御されたヒータ7の熱により貫通孔1の周面は水溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の熔融温度よりも低く設定されている。そして、貫通孔1に下パンチ3が嵌合して成形部1Aが形成されている状態で、自動開閉弁を開いて噴霧部6より、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液Lを、ヒータ7により加熱されたダイ2の成形部1Aに吹き付けて付着させる。この結果、水溶液Lは蒸発、乾燥して貫通孔1の周面には結晶が成長して前記潤滑剤の晶出層Bが均一に形成される。20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を使用するのは、常温付近で水溶液に沈殿物が生じる恐れがあると、噴霧部6による付着を行なう場合、噴霧部6が詰まる等の不具合が発生するためである。一方、例えば、ステアリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム、ミリスチン酸ナトリウム、ラウリン酸ナトリウムの成分が含まれる通常の高級脂肪酸系の石鹼類は水溶液を高温にしなければ100gの水に対する3g以上の溶解度が得られない。

- [0026] 次に図2の第2工程に示すように、フィーダー5が前進して原料粉末Mを成形部1Aに落下させて充填する。次に図3の第3工程に示すように、ダイ2を下方に移動させると共に、貫通孔1の成形部1Aに上方から上パンチ4を挿入し、上パンチ4と下パンチ3とで挟むようにして原料粉末Mを圧縮する。この時、下パンチ3は、下端が固定されており動かないようになっている。そして、この第3工程において、原料粉末Mは、潤滑剤により形成されている晶出層Bに潤滑状態で圧縮される。
- [0027] このように加圧成形された粉末成形体Aは、ダイ2がさらに下方に下がり、図4の第4工程で示すように下パンチ3の上面がダイ2の上面と略同じ高さになったとき取出し可能となる。この取り出しの際においても、潤滑剤により形成されている晶出層Bに粉末成形体Aは潤滑状態で接触する。このようにして、粉末成形体Aが取出された後、再び第1工程に戻って再び成形部1Aに水溶液Lが噴霧されて晶出層Bが形成された後に、原料粉末Mが成形部1Aに充填されるものである。
- [0028] 次に水溶性の良いものとして20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上とする点について説明する。図4の各種脂肪酸石けんにおける溶解度に示すように、普通の動物油や植物油から作る混合石鹸やその主要成分は、いずれも常温では非常に水に対する溶解度が低く、水に溶解してしばらくすると沈殿物が生成しやすく、常温で通常使用される温度である20℃付近では、沈殿物を生じ、噴霧部に詰まりが生じる等の不都合が発生するため、これらの成分が含まれない様な溶解度が最低限必要であるとの認識から20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上としたものである。
- [0029] 以下に、実施例及び比較例を表1〜3により説明する。表1〜3における実施例及び比較例は、いずれも原料粉末として鉄粉(平均粒径90 μ m)に、潤滑剤としてステアリン酸リチウム(平均粒径5 μ m)を0.2重量%添加したものを回転混合機で30分混合したものをを用い、加圧面積1cm²の円柱を成形する成形型に、前記混合した原料粉末を7g充填し、この後8t/cm²の成形圧力で粉末成形体を連続で100個成形したものである。そして、実施例のものでは、水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を150℃に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、蒸発、乾燥させて晶出層を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例1は、ステアリン酸リ

チウム(平均粒径 $5\mu\text{m}$)をアセトンに分散させたものを 150°C に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、乾燥させて被膜を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例2は成形型には潤滑剤を用いない場合である。表中の密度のRは、連続100個成形した成形体密度の最大値と最小値の差である。

[0030] [表1]

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9
成形型潤滑成分	りん酸水素2カリウム	りん酸水素2ナトリウム	りん酸3ナトリウム	ポリりん酸ナトリウム	りん酸リボフラビンナトリウム	硫酸カリウム	亜硫酸ナトリウム	チオ硫酸ナトリウム	ドデシル硫酸ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均抜出圧力	6 kN	8 kN	6 kN	8 kN	20 kN	18 kN	20 kN	18 kN	16 kN
平均成形体密度	7.56 g/cm^3	7.55 g/cm^3	7.56 g/cm^3	7.54 g/cm^3	7.50 g/cm^3	7.52 g/cm^3	7.50 g/cm^3	7.51 g/cm^3	7.53 g/cm^3
密度のR	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.03

[0031] [表2]

	実施例 10	実施例 11	実施例 12	実施例 13	実施例 14	実施例 15	実施例 16	実施例 17	実施例 18
成形型潤滑成分	ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム	食用青色1号	食用黄色5号	アスコルビン酸硫酸エステルナトリウム	四ぼう酸ナトリウム	けい酸ナトリウム	タンガステン酸ナトリウム	酢酸ナトリウム	安息香酸ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均拔出圧力	16 k N	16 k N	20 k N	8 k N	8 k N	10 k N	12 k N	18 k N	10 k N
平均成形体密度	7.53 g/cm ³	7.53 g/cm ³	7.51 g/cm ³	7.54 g/cm ³	7.54 g/cm ³	7.54 g/cm ³	7.53 g/cm ³	7.51 g/cm ³	7.54 g/cm ³
密度のR	0.02	0.03	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03	0.02	0.02

[0032] [表3]

	実施例 19	実施例 21	実施例 23	実施例 24	実施例 25	比較例 1	比較例 2
成形型潤滑成分	テレフタル酸2ナトリウム	ステアリン酸ナトリウム	炭酸水素ナトリウム	炭酸ナトリウム	硝酸カリウム	ステアリン酸リチウム	なし
溶媒	水	水	水	水	水	アセトン	
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	分散	
濃度	1%	0.2%	1%	1%	1%	1%	
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均抜出圧力	1 k N	16 k N	18 k N	18k N	20 k N	22 k N	32 k N
平均成形体密度	7.54 g/cm ³	7.52 g/cm ³	7.51 g/cm ³	7.52 g/cm ³	7.51 g/cm ³	7.50 g/cm ³	7.48 g/cm ³
密度のR	0.02	0.04	0.03	0.02	0.04	0.20	0.16

- [0033] 表1〜3の比較結果として、実施例では、成形型より圧粉体を抜き出す抜出圧力は、比較例1の抜出圧力以下ですみ、また実施例では、比較例1より密度の向上を図ることができ、さらに、密度のRが非常に小さくなった。これにより、実施例においては連続成形でも高密度の成形を安定して行うことができる。
- [0034] 尚、前記潤滑剤は、水溶性のりん酸系金属塩として、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、りん酸リボフラビンナトリウム等の様に構造中にりん酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。
- [0035] 水溶性の硫黄酸塩系金属塩として、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号($C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$)、食用黄色5号($C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$)、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、アスコルビン酸硫酸エステルナトリウム等の様に構造中に硫酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。
- [0036] 水溶性のほう酸系金属塩として、四ほう酸カリウム、四ほう酸ナトリウム等の様に構造中にほう酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。
- [0037] 水溶性のけい酸系金属塩として、けい酸カリウム、けい酸ナトリウム等の様に構造中にけい酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。
- [0038] 水溶性のタングステン酸系金属塩として、タングステン酸カリウム、タングステン酸ナトリウムの様に構造中にタングステン酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。
- [0039] 水溶性の有機酸系金属塩として、酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、テレフタル酸2カリウム、テレフタル酸2ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、アスコルビン酸ナトリウム等の様に構造中に有機酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。
- [0040] 水溶性の窒素酸系金属塩として、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム等の様に構造中に窒素酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。
- [0041] 水溶性の炭酸系金属塩として、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭

酸水素ナトリウム等の様に構造中に炭酸系の基を含むものが好適である事が表1〜3からわかる。

- [0042] これらの挙げられた様な潤滑剤の1種又は2種以上を用いることができる。
- [0043] そして、水溶性潤滑剤の濃度は、0.01重量%以上飽和濃度未満とする。これは、0.01重量%未満では、形成金型に付着蒸発させる水分量が多すぎて金型の温度が低下し一定の温度とスピードで安定して形成する事が困難となるためであり、飽和濃度以上では、潤滑剤が溶解しきれず固体となって沈殿し、噴霧部6による付着を行なう場合、噴霧部6が詰まる等の不具合が発生するためである。
- [0044] また、溶解する水は、蒸留水やイオン交換水といった金属成分やハロゲン元素成分を取り除いた水が好ましい。潤滑剤の種類によっては、容易に水中の金属成分と置換して沈殿物を生成して不具合を起こす場合があり、また、ハロゲン成分が多量に含まれていた場合、圧粉体が結びやすくなったり、焼結時にダイオキシン等の有害物質が生成したりする不具合を起こす場合があるためである。
- [0045] さらに、潤滑剤の種類によっては、微生物が繁殖して腐りやすいという問題があり、成分が変化したり悪臭が発生する場合があるが、防腐剤を添加することで微生物の発生を防止することができる。防腐剤には、安息香酸ナトリウム等の潤滑性を損なわず、人体に対する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが好ましい。
- [0046] また、潤滑剤の種類によっては、泡が発生しやすいという問題があり、水溶液Lを成形部1Aに付着させたときに、泡が発生して原料粉末が固まるおそれがあるが、アルコールやケトンといった水溶性の溶媒や消泡剤を添加することで泡の発生を防止することができる。アルコールやケトンには、エタノールやアセトン等の潤滑性を損なわず、人体に対する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが好ましい。
- [0047] アルコールやケトンといった水溶性の溶媒には、水よりも沸点や蒸発潜熱の低いものを使用することで、蒸発、乾燥時間を短くしたり、成形型本体2を高温にする必要がなくなる場合もある。
- [0048] これらの潤滑剤及び添加物、溶解する水にはハロゲン元素が含まれていると、炭素成分の共存中で焼結するという鉄系の粉末冶金でよく使用される条件ではダイオキシン等の微量で毒性の高い成分の生成が懸念されるため、ハロゲン元素を含ませな

いことが好ましい。

- [0049] 成形型本体2の温度や混合した原料粉末Mは、高温にした方が乾燥時間の短縮や温間成形の効果等があるため好ましいが、不具合がなければ常温でもよい。高温にする場合は、原料粉末が固まったり潤滑剤が金型(成形部1A)の底へ流れ落ちるため安定して温間成形することが困難であるため設定温度で溶融しない潤滑剤の選定が好ましいが、不具合がなければ半溶融状態や高粘性状態、2種以上の潤滑剤配合の1種以上が溶融状態でもよい。従来使用されていたステアリン酸亜鉛は約120°C、ステアリン酸リチウムは約220°Cで溶融するためそれ以上の温度で安定して温間成形することが困難であったが、本発明の潤滑剤の中には220°C以上で溶融しないものは多数存在し、中には1000°Cを超えても溶融しないものも含まれているため、金型(成形部1A)の耐熱温度や原料粉末の酸化温度ぎりぎりまで高温にして容易に安定して温間成形することが可能である。但し、その場合は、原料粉末の流動性の問題等があるため、混合した原料粉末Mに添加する潤滑剤も高温で溶けないもの、例えば、本発明の潤滑剤を粉末状にしたものや、200°C以上の高温でも使用できる固体潤滑剤である黒鉛や2硫化モリブデン等にしたたり、原料粉末に潤滑剤を入れずに成形型潤滑だけで成形した方が好ましい。
- [0050] 以上のように、前記実施形態では、成形型本体2に形成した成形部1Aに原料粉末Mを充填した後に、下、上パンチ3, 4を前記成形部1Aに嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末Mを充填する前に、潤滑剤を溶媒に均一な相となるように溶解した水溶液Lを前記成形部1Aに付着させ、該水溶液Lを蒸発させて前記成形部1Aに結晶を形成させて晶出層Bを形成することにより、成形部1Aの周面に緻密な潤滑用の層Bが形成され、粉末成形体Aの成形部1Aからの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体Aの密度も向上することができる。
- [0051] また、粉末成形体Aの側面を成形する貫通孔を有する成形型本体2と、前記貫通孔1に下方から嵌合する下パンチ3と、前記貫通孔1に上方から嵌合する上パンチ4と、前記貫通孔1に臨む潤滑剤の水溶液Lの噴出部6と、前記貫通孔1と該貫通孔1に嵌合した下パンチ3とで画成される粉末成形体Aの成形部1Aの周囲に設けるヒータ7と、該ヒータ7を前記水溶液Lの蒸発温度より高く、かつ必要に応じて前記潤滑剤の

熔融温度よりも低く制御する温度制御手段9を設け、成形部1Aに原料粉末Mを充填する前に、潤滑剤の水溶液Lを加熱された前記成形部1Aに付着させ、該水溶液Lを蒸発させて前記成形部1Aの周囲に前記潤滑剤の晶出層Bを緻密に形成することにより、成形部1Aの周面に緻密な潤滑用の層Bが形成され、粉末成形体Aの成形部1Aからの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体Aの密度も向上し、さらに安定して連続成形することができる。

実施例 2

[0052] 図5～図8は実施例2を示しており、前記実施例1と同一部分には同一符号を付してその詳細な説明を省略する。通孔1の表面10には、水溶液Lの前記表面10へのぬれ性を向上するための親水性処理を施したり親水性材料を配置したりして表面処理層11を設ける。前記表面処理層11における上述の水溶液Lとの接触角度Xは、ダイ2自体の材質によって形成される表面10又は材質が直接表れる上面2Aにおける前記水溶液Lとの接触角度Yより小さくなる($X < Y$)ことにより前記ぬれ性を向上することができるものである。尚、前記接触角度X、Yの測定は、説明のために示した図の状態ではなくそれぞれ表面10、上面2Aを水平に保つするなど同一条件で測定されるものである。そして前記表面処理層11としては、表4にみられるような結合をもつ酸化物、フッ化物、窒化物、塩化物、硫化物、臭化物、ヨウ化物、炭化物、水酸化物等を溶射、PVD、CVD、ショットピーニング等で親水コーティングを施したもの、酸化チタン、酸化亜鉛等のコーティングに光照射による光触媒作用を施したもの、アルカリや熱水処理等による水酸化物生成、カリウムやナトリウムイオン等のスパッタリングによる表面処理、さらには溶射被膜や粉末冶金金型の利用等で表面に微細な空孔を形成することによる水溶液Lの表面張力の変化の利用等として、表面処理層により貫通孔1表面10における水溶液の接触角度を小さくして該箇所でのぬれ性を向上するようにしたものである。尚、表面10を酸や火炎処理、電解研磨等による油性有機物等の処理を行って接触角度Xが小さくなるように前記貫通孔1の表面を形成してもよい。また、強度等に問題がなければ、金型の素材に表4に見られる様な親水性物質で構成する事が好ましい。強度や硬度を向上させるため、鉄や超硬等の金属に表1に見られるような物質を分散させても良いし、Ti、V、Si、Al等の酸化しやすい金属と合金化させて金

型の素材とする事も親水性向上に効果がある。コーティングする場合も、強度や硬度を向上させるために、鉄や超硬等の金属を親水性物質といっしょにコーティングする事も金型寿命と親水性とを両立させる上で好ましい。

[0053] [表4]

親水性物質の例	親水性の結合元素又は親水性物質	おおよその結合のイオン性	親水性の主な理由
Cs-F, Fr-F		93%	結合のイオン性が大い (極性が大きい)ので親水 性
K-F, Rb-F		92%	
Na-F, Ba-F, Ra-F		91%	
Li-F, Ca-F, Sr-F		89%	
Ac-F, ランタノイド-F		88%	
Mg-F, Y-F, Cs-O, Fr-O		86%	
Se-F, Hf-F, Th-F, K-O, Rb-O		84%	
Zr-F, Pa-F, U-F, Na-O, Ba-O, Ra-O		82%	
Be-F, Al-F, Ti-F, Ta-F, Mn-F, Li-O, Ca-O, Sr-O		79%	
Nb-F, V-F, Cr-F, Zn-F, Ga-F, Ac-O, ランタノイド-O		76%	
W-F, Cd-F, In-F, Mg-O, Y-O, Cs-O, Fr-O, Cs-N, Fr-N, Cs-Cl, Fr-Cl		73%	
Mo-F, Fe-F, Ti-F, Si-F, Ge-F, Sn-F, Se-O, Hf-O, Th-O, K-N, Rb-N, K-Cl, Rb-Cl		70%	
Re-F, Tc-F, Co-F, Ni-F, Cu-F, Ag-F, Hg-F, Pb-F, Sb-F, Bi-F, Zr-O, Pa-O, U-O, Na-N, Ba-N, Ra-N, Na-Cl, Ba-Cl, Ra-Cl, Cs-Br, Fr-Br		67%	
B-F, As-F, Po-F, Be-O, Al-O, Ti-O, Ta-O, Mn-O, Li-N, Ca-N, Sr-N, Li-Cl, Ca-Cl, Si-Cl, K-Br, Rb-Br		63%	
P-F, Te-F, Nb-O, V-O, Cr-O, Zn-O, Ga-O, Ac-N, ランタノイド-N, Ac-Cl, ランタノイド-Cl, Na-Br, Ba-Br, Ra-Br		59%	
Ru-F, Os-F, Rh-F, Ir-F, Pt-F, Pd-F, W-O, Cd-O, In-O, Mg-N, Y-N, Cs-N, Fr-N, Mg-Cl, Y-Cl, Cs-Cl, Fr-Cl, Ca-Br, Sr-Br, Cs-C, Fr-C, Cs-S, Fr-S, Cs-I, Fr-I		55%	
Mo-O, Fe-O, Ti-O, Si-O, Ge-O, Sn-O, Se-N, Hf-N, Th-N, Se-Cl, Hf-Cl, Th-Cl, Ac-Br, ランタノイド-Br, K-C, Rb-C, K-S, Rb-S, K-I, Rb-I		51%	
Au-F, Se-F, Re-O, Tc-O, Co-O, Ni-O, Cu-O, Ag-O, Hg-O, Pb-O, Sb-O, Bi-O, Zr-N, Pa-N, U-N, Zr-Cl, Pa-Cl, U-Cl, Mg-Br, Y-Br, Na-C, Ba-C, Ra-C, Na-S, Ba-S, Ra-S, Na-I, Ba-I, Ra-I		47%	
B-O, As-O, Po-O, Be-N, Al-N, Ti-N, Ta-N, Mn-N, Be-Cl, Al-Cl, Ti-Cl, Ta-Cl, Mn-Cl, Se-Br, Hf-Br, Th-Br, Li-C, Ca-C, Sr-C, Li-S, Ca-S, Sr-S, Li-I, Cs-I, Si-I		43%	
P-O, Te-O, Nb-N, V-N, Cr-N, Zn-N, Ga-N, Nb-Cl, V-Cl, Cr-Cl, Zn-Cl, Ga-Cl, Zr-Br, Pa-Br, U-Br, Ac-C, ランタノイド-C, Ac-S, ランタノイド-S, Ac-I, ランタノイド-I		39%	
Ru-O, Os-O, Rh-O, Ir-O, Pd-O, Pt-O, At-O, W-N, Cd-N, In-N, W-Cl, Cd-Cl, In-Cl, Be-Br, Al-Br, Ti-Br, Ta-Br, Mn-Br, Mg-C, Y-C, Cs-C, Fr-C, Mg-S, Y-S, Cs-S, Fr-S, Mg-I, Y-I, Cs-I, Fr-I		35%	
Mo-N, Fe-N, Ti-N, Si-N, Ge-N, Sn-N, Mo-Cl, Fe-Cl, Ti-Cl, Si-Cl, Ge-Cl, Sn-Cl, Nb-Br, V-Br, Cr-Br, Zn-Br, Ga-Br, Se-C, Hf-C, Th-C, Se-S, Hf-S, Th-S, Se-I, Hf-I, Th-I		30%	
水酸基を含む物質全般			水酸基で親水性
酸化物全般			表面の水酸化で親水性
水溶性物質全般			溶解するので親水性
酸化物の一部(酸化チタン、酸化亜鉛など)			光励起による親水性

[0054] そして、第1工程においては、予め温度制御装置9により制御されたヒータ7の熱により貫通孔1の表面10は水溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の溶融温度よりも低

く設定されている。そして、貫通孔1に下パンチ3が嵌合して成形部1Aが形成されている状態で、自動開閉弁を開いて噴霧部6より潤滑剤の水溶液Lを、ヒータ7により加熱されたダイ2の成形部1Aに吹き付けて付着させる。この際、水溶液Lの接触角度Xは表面処理層11がなければ接触角度Yのようになるが、前記表面処理層11により小さい接触角度Xとなり、この結果水溶液Lがはじかれるようなことが少なくなつて貫通孔1に全面的に水溶液Lが付着してぬれるようになる。そして、水溶液Lは蒸発、乾燥して貫通孔1の表面処理層11には結晶が全面的に成長して前記潤滑剤の潤滑層たる晶出層Bが均一に形成される。

[0055] 次に図6の第2工程に示すように、フィーダー5が前進して原料粉末Mを成形部1Aに落下させて充填する。次に図7の第3工程に示すように、ダイ2を下方に移動させると共に、貫通孔1の成形部1Aに上方から上パンチ4を挿入し、上パンチ4と下パンチ3とで挟むようにして原料粉末Mを圧縮する。この時、下パンチ3は、下端が固定されており動かないようになっている。そして、この第3工程において、原料粉末Mは、潤滑剤により形成されている晶出層Bに潤滑状態で圧縮される。

[0056] このように加圧成形された粉末成形体Aは、ダイ2がさらに下方に下がり、図9の第4工程で示すように下パンチ3の上面がダイ2の上面と略同じ高さになったとき取出し可能となる。この取り出しの際においても、潤滑剤により形成されている晶出層Lに粉末成形体Aは潤滑状態で接触する。このようにして、粉末成形体Aが取出された後、再び第1工程に戻って再び成形部1Aに水溶液Lが噴霧されて晶出層Lが形成された後に、原料粉末Mが成形部1Aに充填されるものである。

[0057] 以上のように、前記実施例では、前記ダイ2自体における前記水溶液Lとの接触角度Yより小さくなる前記水溶液Lとの接触角度Xを有するように前記貫通孔1の表面10に表面処理層11を形成したことにより、水溶液Lを付着した際に貫通孔10における水溶液Lのぬれ性を向上して、該水溶液Lを表面処理層11、ひいては貫通孔1の全面に水溶液を行き渡らせて、水を蒸発させることにより晶出層Bを全面的に形成することができ、この結果高密度の粉末成形体Aを安定して得ることができる。

実施例 3

[0058] 図9～図10は実施例3を示しており、前記実施例1、2と同一部分には同一符号を付

してその詳細な説明を省略する。実施例2においては、フィーダー5が摺動自在に設けられるダイ2の上面2Aには、前記水溶液Lの前記上面2Aへのぬれ性を低下、すなわち撥水(疎水)性を向上するための撥水处理を施したり撥水材料を配置したりして表面処理層21を設ける。前記表面処理層21における前記水溶液Lとの接触角度 Y' は、前記ダイ2の材質自体によって形成される表面、実施例3では貫通孔1の表面10における前記水溶液Lとの接触角度 X' より大きくなる($Y' > X'$)ことにより前記ぬれ性を低下することができるものである。前記表面処理層21としては、表5にみられる様なシリコーン系樹脂やフッ素系樹脂等のSi-HやC-H結合等にみられる物質や無極性物質等により形成される。

[0059] [表5]

撥水性物質の例		
撥水性の結合元素又は撥水性物質	おおよその結合のイオン性	撥水性の主な理由
Re-H, Tc-H, Co-H, Ni-H, Cu-H, Ag-H, Hg-H	1%	結合のイオン性が小さい(極性が小さい)ので撥水性
Mo-H, Fe-H, Ti-H, Si-H	3%	
H-C, P-C, Te-C, H-S, P-S, Te-S, H-I, P-I, Te-I, W-H, Cd-H, In-H	4%	
B-C, As-C, Po-C, B-S, As-S, Po-S, Bi-I, As-I, Po-I, Nb-H, V-H, Cr-H, Zn-H, Ga-H	7%	
Re-C, Tc-C, Co-C, Ni-C, Cu-C, Ag-C, Hg-C, Pb-C, Sb-C, Bi-C, Re-S, Tc-S, Co-S, Ni-S, Cu-S, Ag-S, Hg-S, Pb-S, Sb-S, Bi-S, Re-I, Tc-I, Co-I, Ni-I, Cu-I, Ag-I, Hg-I, Pb-I, Sb-I, Bi-I, Be-H, Al-H, Ti-H, Ta-H, Mn-H	9%	
Mo-C, Fe-C, Ti-C, Si-C, Ge-C, Sn-C, Mo-S, Fe-S, Ti-S, Si-S, Ge-S, Sn-S, Mo-I, Fe-I, Ti-I, Si-I, Ge-I, Sn-I, Zr-H, Pa-H, U-H	11%	無極性なので撥水性
無極性物質全般		

[0060] したがって、実施例3では、自動開閉弁を開いて噴霧部6より潤滑剤の水溶液Lを、ヒータ7により加熱されたダイ2の成形部1Aに吹き付けて付着させる。この際、水溶液Lの一部が上面2Aに付着してしまうことが生ずる。しかしながら、この上面2Aおける接触角度Y'は前記表面処理層21によりダイ2に直接触れた水溶液Lの接触角度X'よりも大きくなり、この結果水溶液Lがはじかれて上面2Aに水溶液Lが溜まるようなことを抑止するようになる。

- [0061] 以上のように、ダイ2自体における水溶液Lとの接触角度 X' より大きくなる前記水溶液Lとの接触角度 Y' を有するように前記上面2Aに表面処理層21を形成したことにより、上面2Aにおける撥水性を向上して、上面2A(表面処理層21)に水溶液Lをたまりにくくしてフィーダー5に収容されている原料粉末Mに水溶液Lが触れ難くして水溶液Lにより原料粉末Mが固まる粉だまりを防止することができる。

実施例 4

- [0062] 図9～図10は実施例4を示しており、前記実施例1～3と同一部分には同一符号を付してその詳細な説明を省略する。実施例4においては、貫通孔2の上方に潤滑剤を溶媒たる水に溶解した水溶液Lを噴霧してこの水溶液Lを成形部1Aに付着する付着手段たる噴霧部6が設けられており、該噴霧部6は貫通孔2に臨むように設けられる。そして、前記水溶液Lには、貫通孔1の表面10へのぬれ性向上成分を含むものである。前記ぬれ性向上成分は水溶液Lの表面10との接触角度 X'' を小さくする成分であり、例えば界面活性剤が使用される。
- [0063] したがって、貫通孔1に下パンチ3が嵌合して成形部1Aが形成されている状態で、自動開閉弁を開いて噴霧部6より潤滑剤の水溶液Lを、ヒータ7により加熱されたダイ2の成形部1Aに吹き付けて付着させる。この際、水溶液Lの接触角度 X'' はぬれ性向上成分がなければ大きくなるが、前記ぬれ性向上成分により接触角度 X'' は小さくなり、この結果水溶液Lがはじかれるようなことが少なくなつて貫通孔1の表面10の全面に水溶液Lが付着してぬれるようになる。そして、水溶液Lは蒸発、乾燥して貫通孔1の周面には結晶が全面的に成長して前記潤滑剤の晶出層Bが均一に形成される。
- [0064] 以上のように、前記実施例では、前記水溶液Lに表面10との接触角度 X'' を小さくするように前記水溶液Lにぬれ性向上成分を設けたことにより、水溶液Lを付着した際に貫通孔1における水溶液Lのぬれ性を向上して、該水溶液Lを貫通孔1の全面に行き渡らせて、水を蒸発させることにより晶出層Bを全面的に形成することができ、この結果高密度の粉末成形体を安定して得ることができる。
- [0065] 尚、以下に実施例及び比較例を表6により説明する。表6における実施例及び比較例は、いずれも原料粉末として鉄粉(平均粒径 $90\mu\text{m}$)を用い、加圧面積 1cm^2 の円

柱を成形する成形型に、前記混合した原料粉末を7g充填し、この後 $8\text{t}/\text{cm}^2$ の成形圧力で粉末成形体を成形したものである。そして、実施例のものでは、水溶性潤滑剤としてリン酸水素2カリウムと安息香酸ナトリウムを各1%混合した水溶液を親水性物質をコーティングし、 250°C に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、蒸発、乾燥させて晶出層を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例1は、通常の金型を 250°C に加熱された成形型の成形部に潤滑液を付着させた後に、乾燥させ、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例2は通常の金型を 150°C に加熱された成形型の成形部に潤滑液を付着させた後に、乾燥させ、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例3は通常の金型を 150°C に加熱し、潤滑液を付着させず、そのまま原料粉末を充填するようにしたものである。いずれも通常の金型の成形部には、工具鋼として通常使用されるSKH-51を使用した。

[0066] [表6]

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 1	比較例 2	比較例 3
親水性結合元素	Al-O Ti-O	Al-O	Ti-O	Al-O Mg-O	Al-O Si-O	Al-O Ca-O	なし	なし	なし
親水性被膜成分	Al ₂ O ₃ 60% TiO ₂ 40%	Al ₂ O ₃	TiO ₂	スピネル	Al ₂ O ₃ 60% SiO ₂ 40%	Al ₂ O ₃ 60% CaO 40%	なし	なし	なし
親水性被膜処理方法	溶射	溶射	溶射	溶射	溶射	溶射	なし	なし	なし
成形型潤滑	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	なし
成形温度	250℃	250℃	250℃	250℃	250℃	250℃	250℃	150℃	150℃
成形密度	7.68g/cm ³	7.67g/cm ³	7.68g/cm ³	7.67g/cm ³	7.68g/cm ³	7.67g/cm ³	成形不能	7.58g/cm ³	成形不能

[0067] 表6の比較結果として、親水性被膜を付けない金型で250° Cで成形すると、成形部にうまく潤滑剤が付かないため成形できないのに比べて、親水性被膜を付けた金型で形成した実施例1〜6は、いずれも150° Cを越える高温で成形が可能であり、150° Cで成形した成形体密度を上回る密度が得られることがわかる。

産業上の利用可能性

[0068] 尚、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨の範囲内において、種々の変形実施が可能である。また、前記実施形態においては前記原料粉末を充填する前に、前記水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成した後にパンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形するものであるが、前記原料粉末を充填する前に必ず水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成する必要はなく、例えば始めの粉末成形体の成形後に、水溶液を前記成形部に付着させずに始めの晶出層を利用してそのまま原料粉末を充填して次の成形を行い、次に3回目の原料粉末を充填する前に水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に2回目の晶出層を形成するように断続的な連続により水溶液を前記成形部に付着させるようにしてもよい。

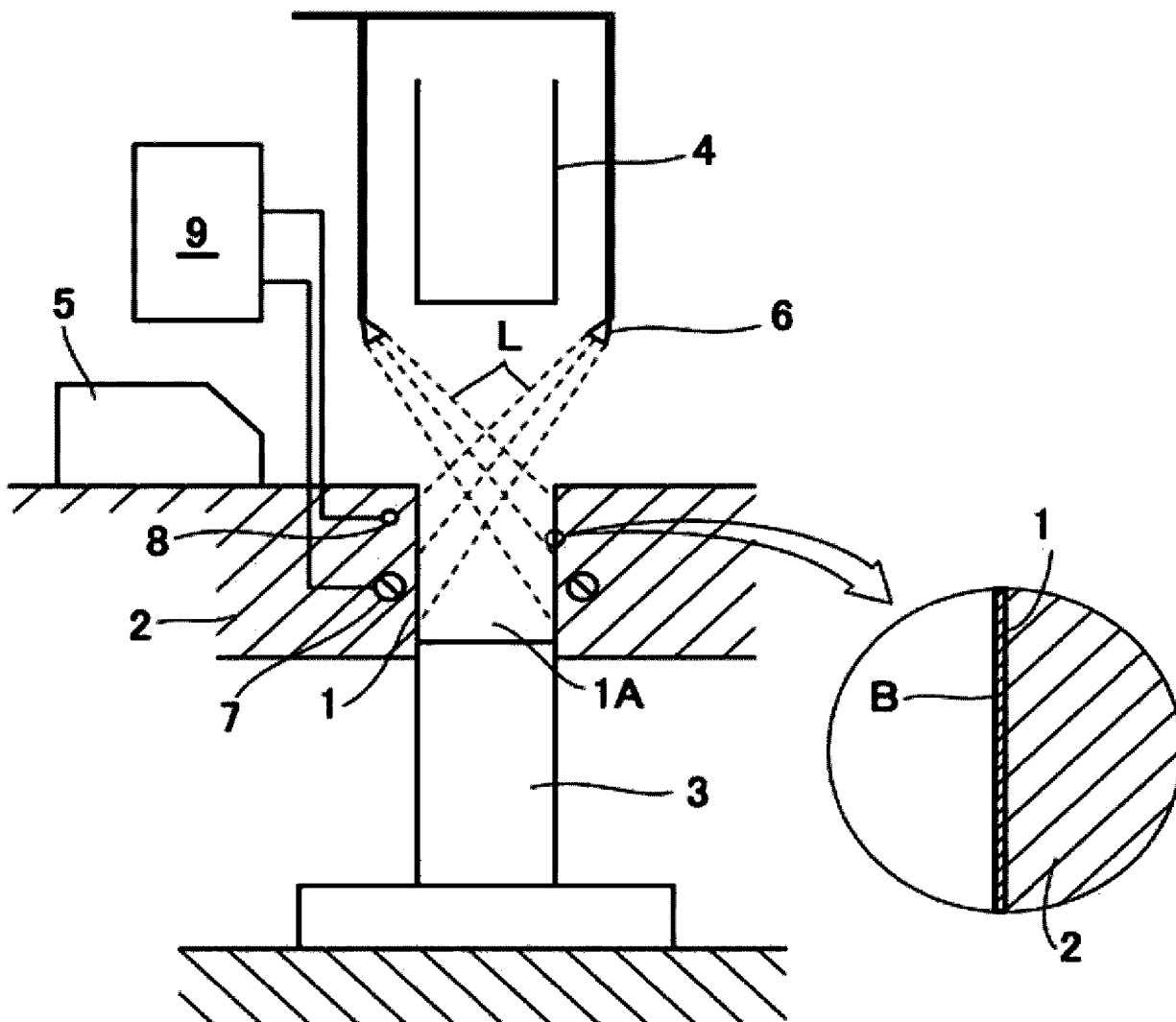
請求の範囲

- [1] 成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法。
- [2] 前記潤滑剤は、オキソ酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。
- [3] 前記潤滑剤は、りん酸系金属塩、硫酸系金属塩、ほう酸系金属塩、けい酸系金属塩、タングステン酸系金属塩、有機酸系金属塩、硝酸系金属塩又は炭酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。
- [4] 前記潤滑剤は、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、又はりん酸リボフラビンナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [5] 前記潤滑剤は、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号、食用黄色5号、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、又はアスコルビン酸硫酸エステルナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [6] 前記潤滑剤は、四ほう酸カリウム、又は四ほう酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [7] 前記潤滑剤は、けい酸カリウム、又はけい酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [8] 前記潤滑剤は、タングステン酸カリウム、又はタングステン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [9] 前記潤滑剤は酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、テレフタル酸2カリウム、テレフタル酸2ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、又はアスコ

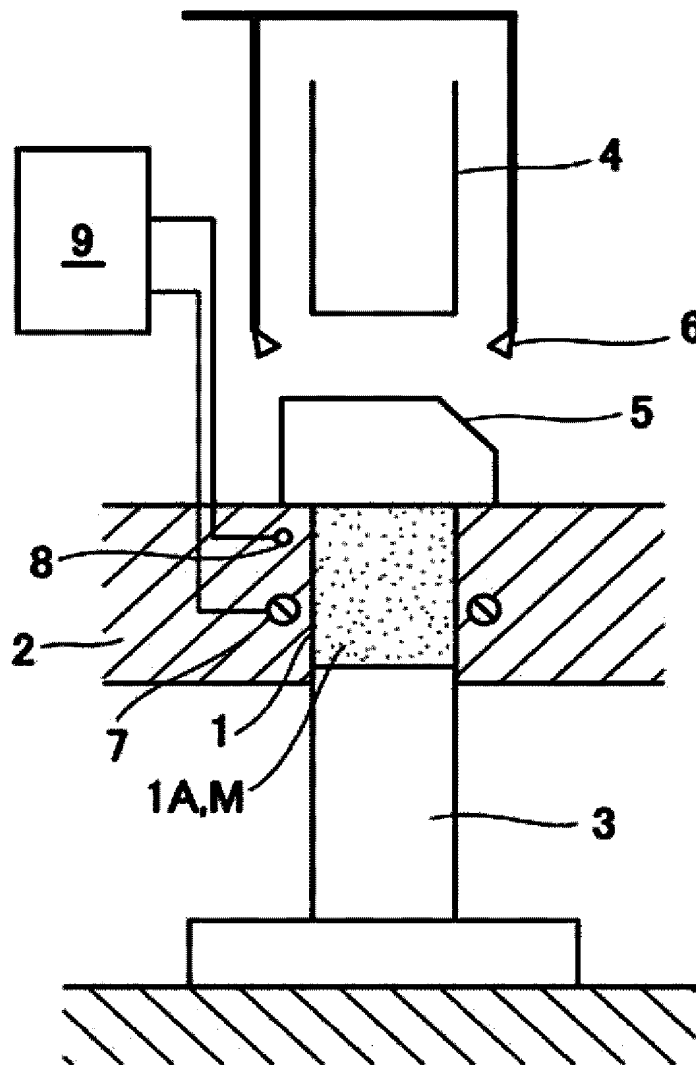
- ルビン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [10] 前記潤滑剤は、硝酸カリウム、又は硝酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [11] 前記潤滑剤は、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、又は炭酸水素ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
- [12] 前記潤滑剤は、請求項2〜11記載の潤滑剤を1種または2種以上用いたことを特徴とする請求項1記載の粉末成形方法。
- [13] 前記水溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶解させたことを特徴とする請求項2〜12記載の粉末成形体の成形方法。
- [14] 前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であることを特徴とする請求項13記載の粉末成形体の成形方法。
- [15] 前記潤滑剤に、防腐剤を添加したことを特徴とする請求項2〜14のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。
- [16] 前記潤滑剤に、消泡剤を添加したことを特徴とする請求項2〜15のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。
- [17] 前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したことを特徴とする請求項2〜16のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。
- [18] 前記溶媒がアルコールまたはケトンであることを特徴とする請求項17記載の粉末成形体の成形方法。
- [19] 前記潤滑剤に、ハロゲン族元素を含まないことを特徴とする請求項2〜18のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。
- [20] 粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設け、かつ前記噴出部に20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を供給することを特徴とする粉末成形金型装置。

- [21] 粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する湿度制御手投を設け、かつ前記噴出部に20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を供給することを特徴とする粉末成形金型装置。

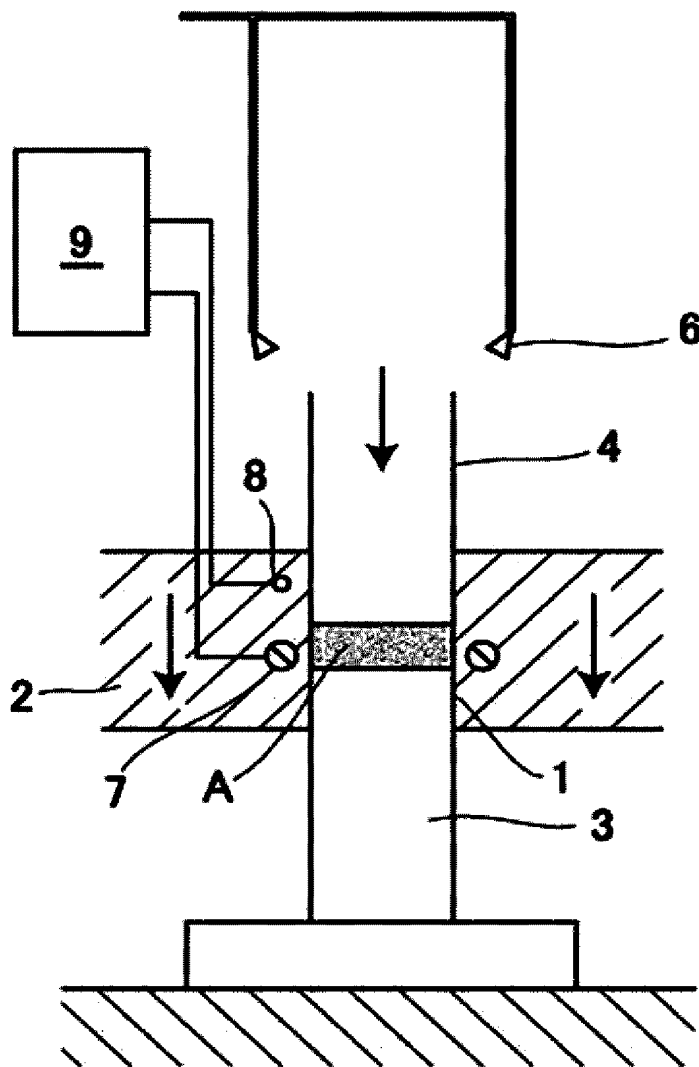
[図1]



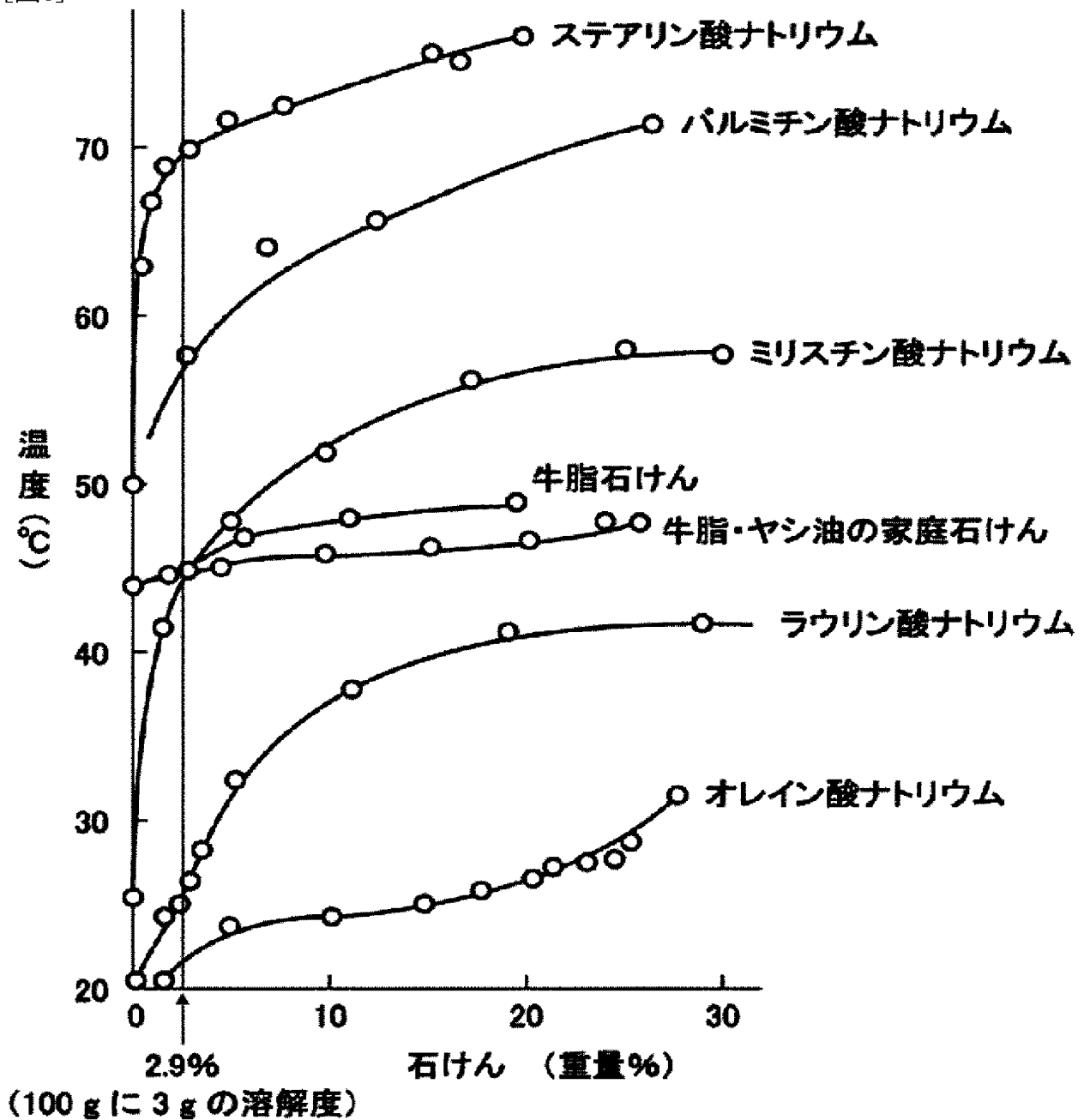
[図2]



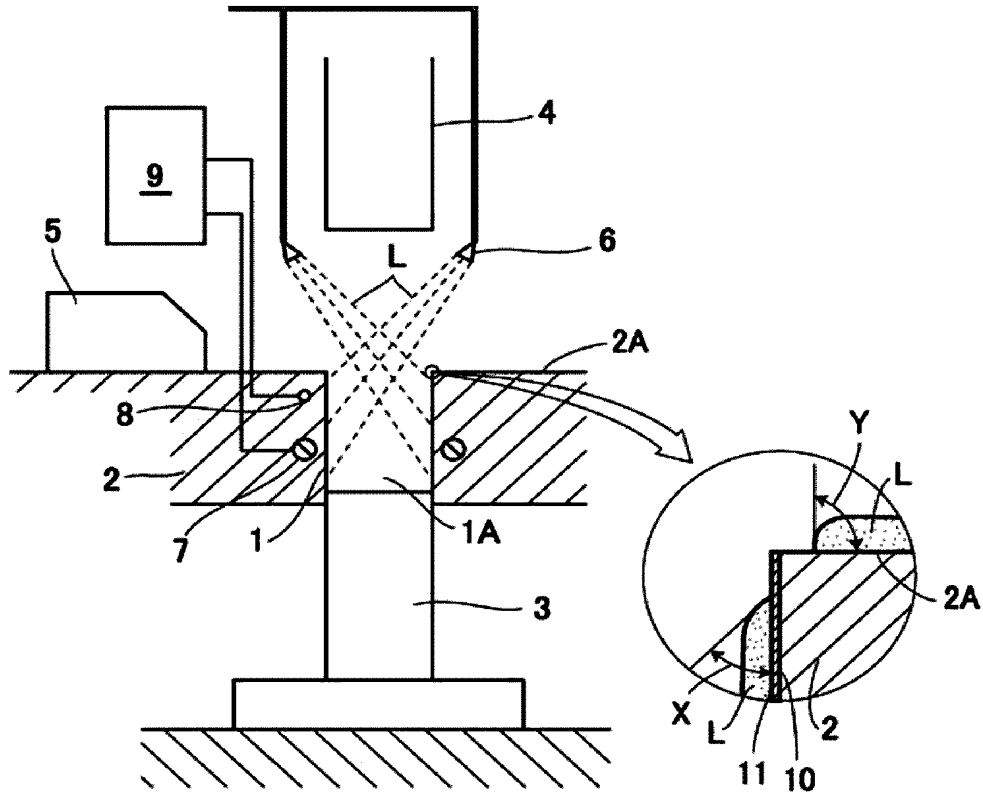
[図3]



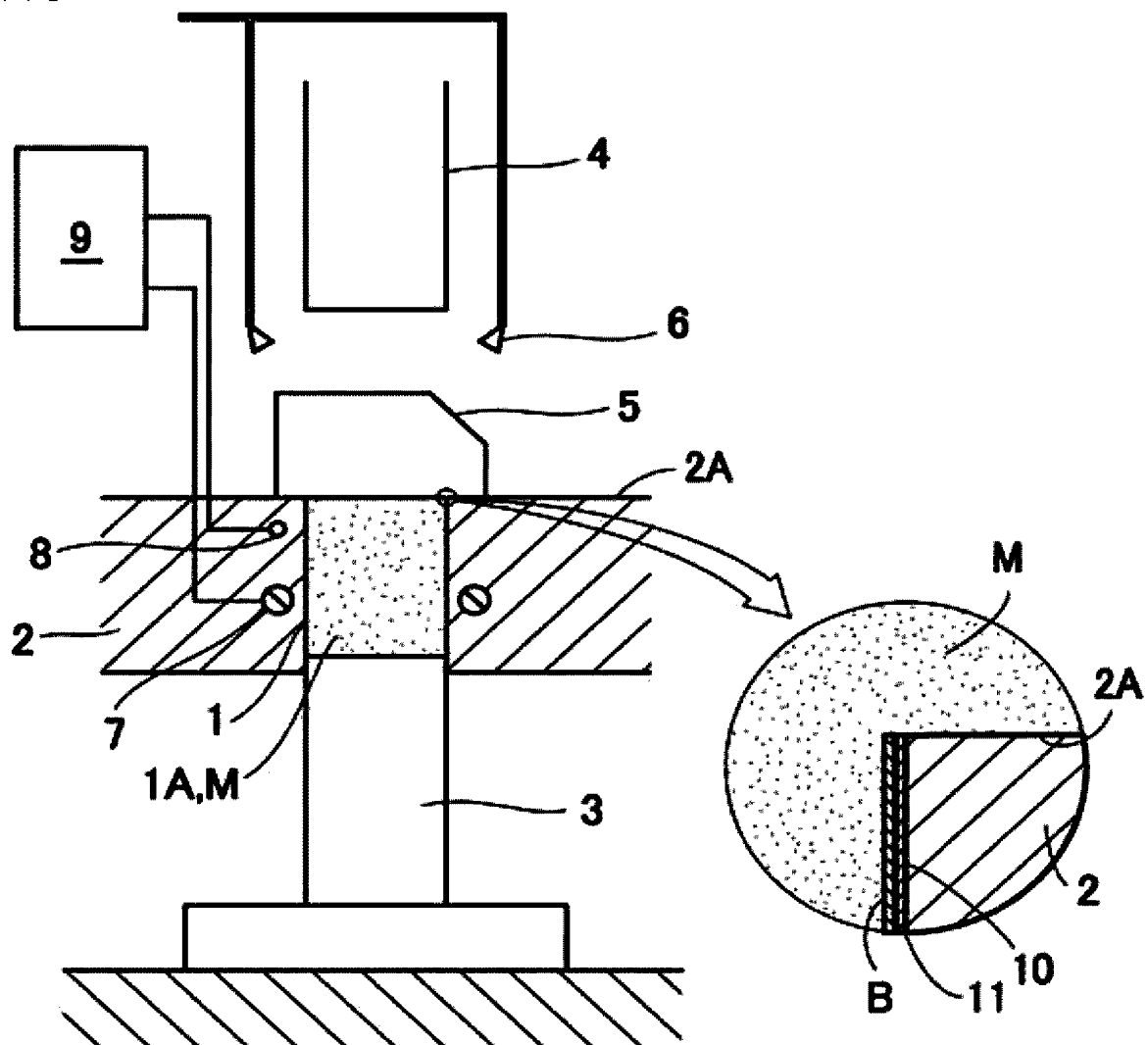
[図5]



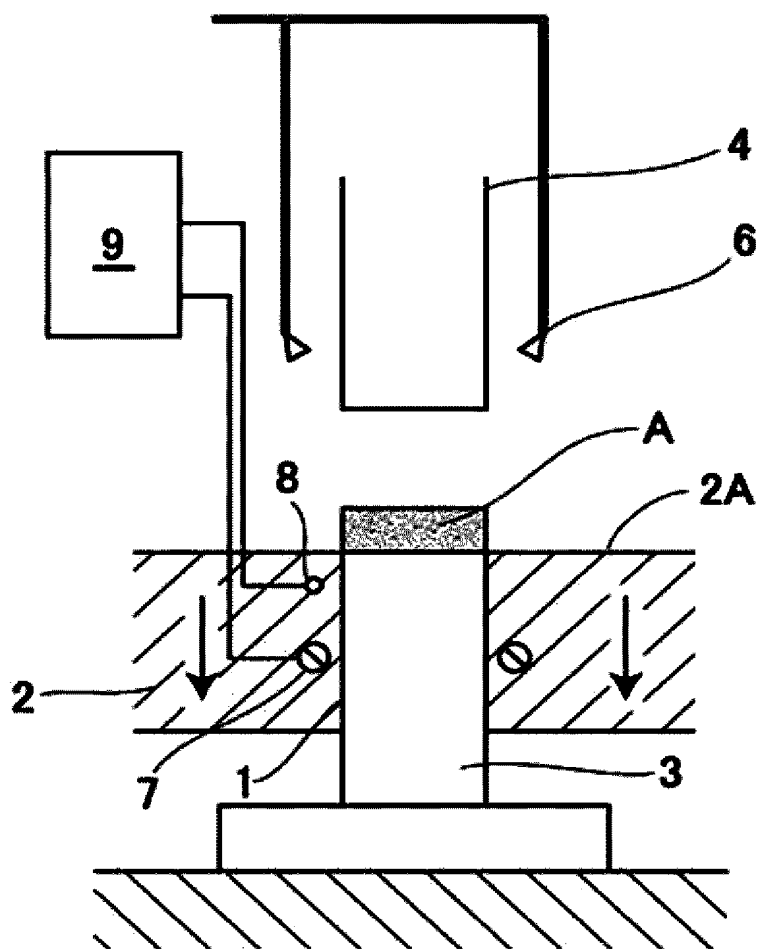
[[図6]]



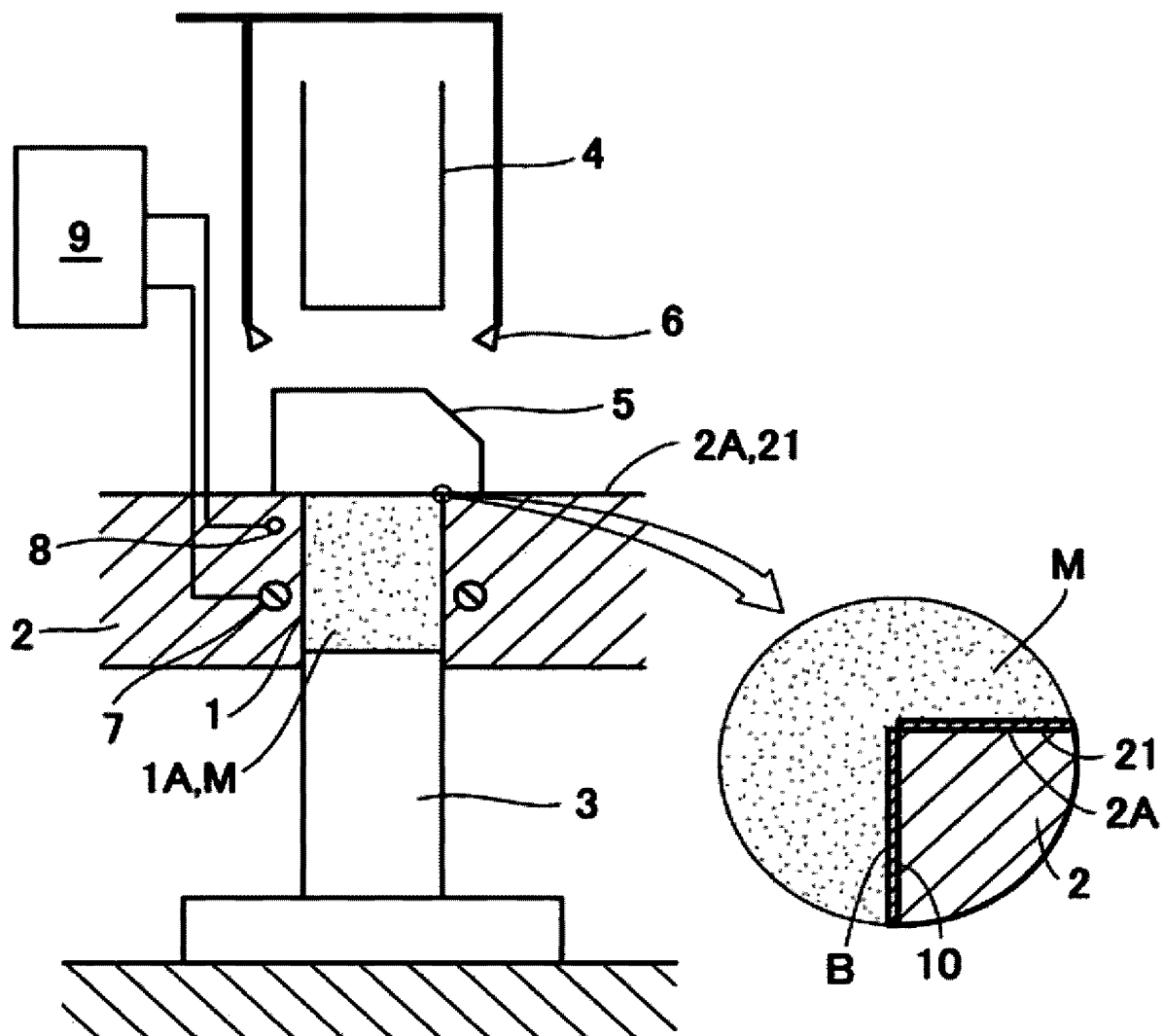
[図7]



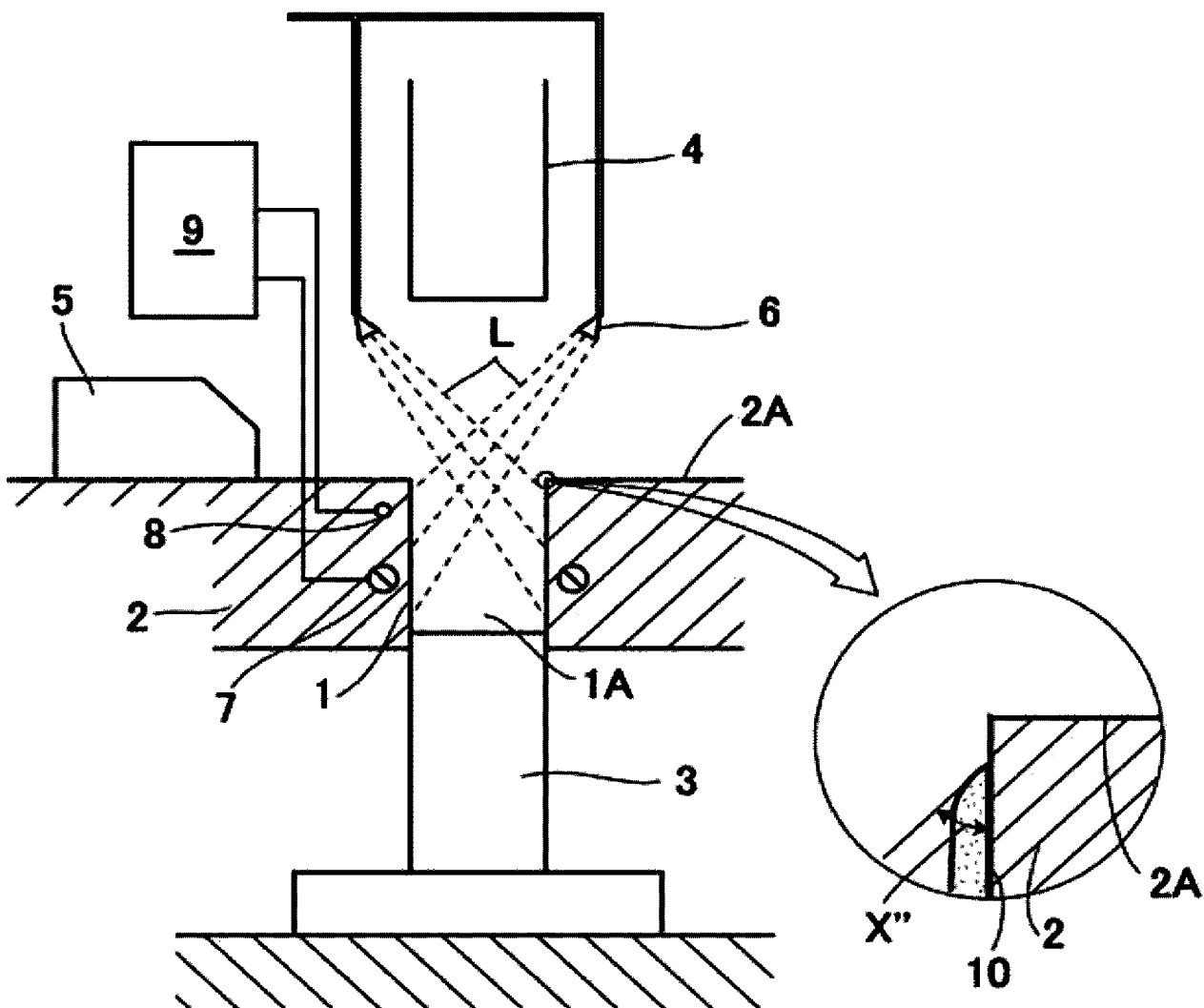
[図9]



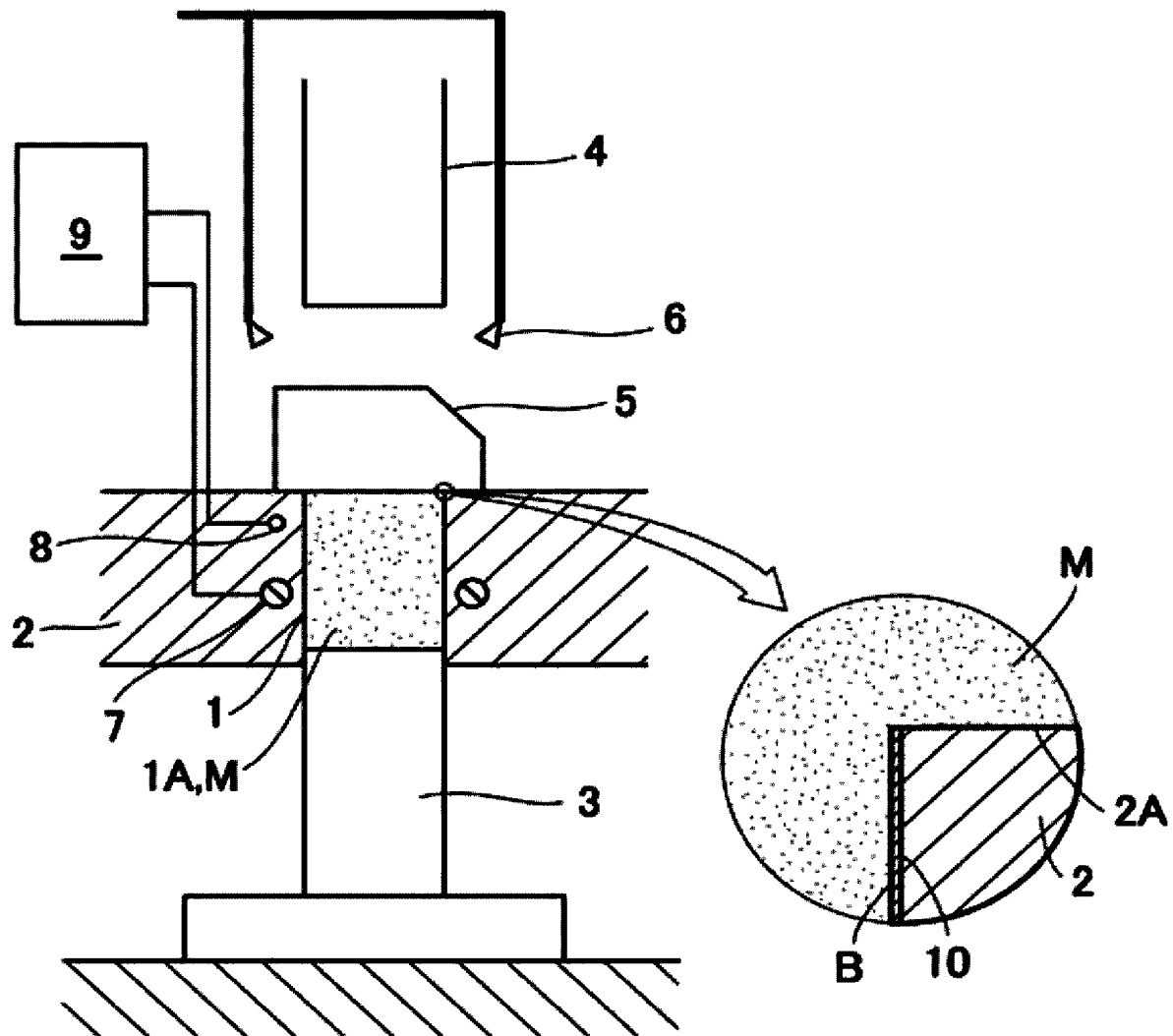
[図11]



[図12]



[図13]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/002994

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ B22F3/035, 3/02, B30B11/00				
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC				
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁷ B22F3/035, 3/02, B30B11/00				
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2005 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005				
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)				
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
A	JP 2003-251499 A (Kobe Steel, Ltd.), 09 September, 2003 (09.09.03), (Family: none)	1-21		
A	JP 2000-199002 A (Kobe Steel, Ltd.), 18 July, 2000 (18.07.00), & US 2001-16174 A1	1-21		
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.				
<table border="0"> <tr> <td> * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed </td> <td> "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family </td> </tr> </table>			* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family			
Date of the actual completion of the international search 16 May, 2005 (16.05.05)		Date of mailing of the international search report 31 May, 2005 (31.05.05)		
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer		
Facsimile No.		Telephone No.		

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B22F3/035, 3/02, B30B11/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B22F3/035, 3/02, B30B11/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2003-251499 A (株式会社神戸製鋼所) 2003. 09. 09 (ファミリーなし)	1-21
A	JP 2000-199002 A (株式会社神戸製鋼所) 2000. 07. 18 & US 2001-16174 A1	1-21

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

16. 05. 2005

国際調査報告の発送日

31. 5. 2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

井上 猛

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

4K

9269